

N° d'enregistrement
au C.N.R.S.
A.O. 3426

ARTICLE PRINCIPAL

Recouvrant en partie

LA THESE DE DOCTORAT ES SCIENCES PHYSIQUES

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES DE PARIS

par

J . RIEU

pour obtenir

le grade de Docteur Es-Sciences

Sujet de la Thèse : ETUDE DU DURCISSEMENT PAR TREMPE DES ALLIAGES
ORDONNES FE-AL DE TYPE L2₀.

Soutenue le

26 JUIN 1969

devant la commission d'Examen

MM. G. CHAUDRON, Président

R. COLLONGUES

M. FAYARD Examineurs

C. GOUX

N° d'enregistrement
au C.N.R.S.
A.O. 3426

ARTICLE PRINCIPAL

Recouvrant en partie

LA THESE DE DOCTORAT ES SCIENCES PHYSIQUES

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES DE PARIS

par

J . RIEU

pour obtenir

le grade de Docteur Es-Sciences

Sujet de la Thèse : ETUDE DU DURCISSEMENT PAR TREMPE DES ALLIAGES
ORDONNES FE-AL DE TYPE $L2_0$.

Soutenue le

devant la commission d'Examen

MM. G. CHAUDRON, Président

R. COLLONGUES

M. FAYARD Examineurs

C. GOUX



Étude du durcissement par trempe des alliages ordonnés Fe-Al de type L2o

par J. RIEU et C. GOUX (*)

RÉSUMÉ

Les alliages Fe-Al à 40 at. % d'aluminium environ sont monophasés à la température ambiante et ordonnés de type L2o. Ils présentent un durcissement considérable après trempe sans que ce phénomène soit lié à des variations importantes du degré d'ordre. Nous avons mis en évidence l'existence d'une très grande quantité de lacunes retenues par trempe dans ces alliages alors que les métaux ou alliages cubiques centrés non ordonnés n'en retiennent que très peu. Une corrélation très nette a été observée entre le durcissement et la densité en lacunes, aussi bien immédiatement après trempe qu'au cours des traitements thermiques ultérieurs pendant lesquels les lacunes disparaissent et les propriétés mécaniques sont restaurées. Nous avons donc cherché une interprétation du durcissement en relation directe avec la forte densité en lacunes plutôt qu'avec des variations du degré d'ordre.

INTRODUCTION

Le fait que certaines solutions solides puissent exister à l'état ordonné en donnant lieu à une transformation ordre-désordre présente un intérêt scientifique considérable. De nombreux modèles ont été proposés pour tenter d'expliquer les propriétés mécaniques et physiques de ces alliages en fonction de paramètres spécifiques de leur état. Sur le plan pratique, par contre, l'utilisation des alliages ordonnés n'a pas conduit à des réalisations importantes probablement à cause de la fragilité qui gêne en particulier leur mise en forme.

Parmi les alliages ordonnés, il faut distinguer ceux qui peuvent être maintenus, à la température ambiante, dans un état désordonné métastable (Fe_3Al , AuCu_3 , FeCo) et ceux qui se réordonnent très rapidement au cours de la trempe (FeAl , $\text{CuZn}\beta$).

Pour les premiers, les propriétés mécaniques après trempe sont liées à la fraction de désordre qui a été retenue par trempe. Un maximum de limite élastique

est généralement observé après une trempe depuis une température voisine de la température critique (1).

Le cas des autres alliages est plus particulier. Pour les alliages Fe-Al de structure L2o, une évolution considérable de la dureté après trempe en fonction de la température de trempe est observée dans un domaine où le degré d'ordre à la température de trempe n'a pratiquement pas varié. De plus, cet alliage ne pouvant pas être retenu à l'état désordonné par trempe, les propriétés mesurées à la température ambiante sont celles d'un alliage ordonné (2).

Après trempe, des variations dimensionnelles importantes sont observées et leur évolution a été suivie par dilatométrie. Ces expériences associées à des mesures de paramètre cristallin nous ont conduits à l'hypothèse d'une quantité élevée de lacunes retenues par trempe. Ces lacunes pourraient être à l'origine du durcissement (3).

Nous avons recherché par microscopie électronique et par radiocristallographie si ces défauts pouvaient provoquer des changements de structure observables en relation avec le durcissement.

(*) Département de Métallurgie. Ecole des Mines de Saint-Etienne.

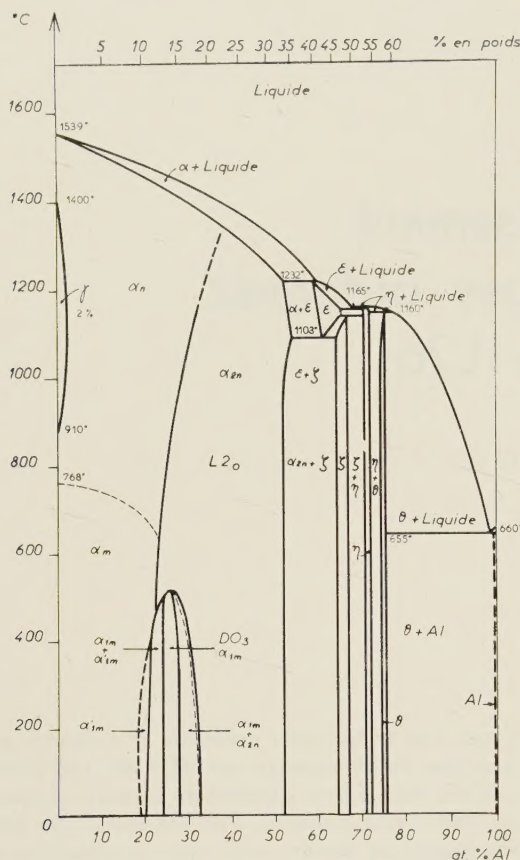


Fig. 1. — Diagramme d'équilibre des alliages Fe-Al.

TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Notre étude a porté essentiellement sur des alliages Fe-Al et plus particulièrement sur un alliage à 40 at. % d'aluminium dont l'utilisation avait été envisagée pour le gainage des combustibles nucléaires par le Commissariat à l'Energie Atomique. Le diagramme de la figure 1 (4) permet de situer les alliages étudiés.

La préparation de ces alliages pose un certain nombre de problèmes et des techniques originales ont été utilisées. De plus, afin d'étudier les phénomènes du durcissement indépendamment des joints de grains et dans le but d'étudier ultérieurement la nature et les propriétés de ces joints dans les alliages ordonnés, nous avons préparé des monocristaux et des bicristaux d'alliages Fe-Al.

Elaboration des alliages.

Les alliages ont été élaborés au four à induction sous argon ou à l'air dans des creusets en sillimanite garnis

intérieurement d'alumine pure suivant une technique empruntée à l'IRSID. Les matières premières sont l'aluminium de titre 99,99 % et le fer qui peut être soit du fer électrolytique du commerce, soit du fer de haute pureté préparé au laboratoire (5).

Le tableau suivant donne les teneurs pondérales en impuretés de ces différents métaux en 10^{-4} %.

Aluminium	Cu 40	Zn 20	Fe 20	Mg 10	Si 7	Mn < 5	Ti < 5	
Fer électrolytique industriel	S 35	Al < 3	Ti 50	Mn 12	Co 90	Ni 50	Cu 3	Mo 2
Fer purifié	S 2	Al 1	Ti < 0,5	Mn < 1	Co < 1	Ni 0,5	Cu < 1	Mo 0,1

Après coulée en lingotière en fer doux, l'alliage est laminé en barres en utilisant la lingotière comme gaine.

L'utilisation d'une gaine est indispensable à cause de la fissuration qui peut se produire au laminage à chaud ainsi que l'ont montré des études faites au CEA. Les conditions de température de laminage doivent être respectées avec soin.

Lorsque le métal doit être refondu lors de la fabrication des monocristaux, on peut éviter l'opération du laminage en utilisant une technique de coulée en source qui permet d'obtenir des barreaux de dimension convenable.

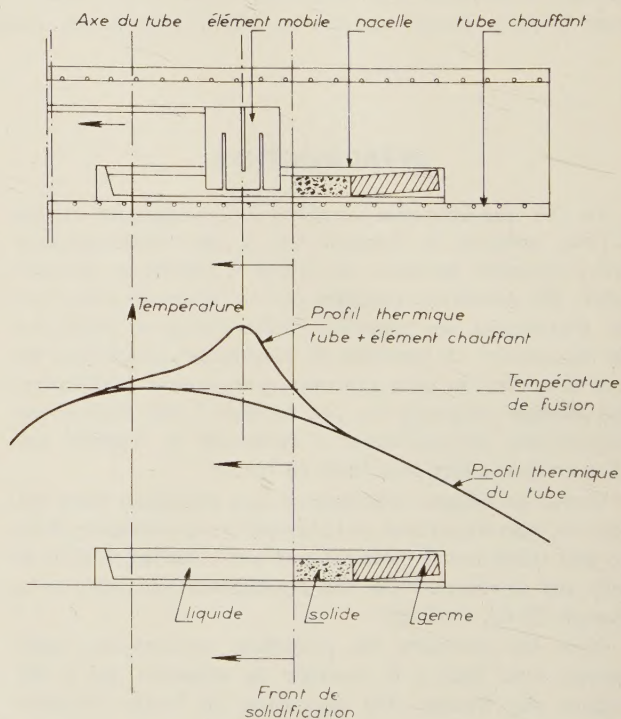


Fig. 2. — Progression du front de solidification et profil thermique de l'ensemble tube-élément mobile.

Fabrication des monocristaux et des bicristaux d'alliages Fe-Al.

Une méthode de fabrication de monocristaux a été mise au point. Elle est fondée sur le principe d'une solidification contrôlée d'un barreau à partir d'un germe orienté (fig. 2) (6). Il s'agit d'obtenir dans un four tubulaire horizontal de 600 mm de longueur une température légèrement inférieure à la température de fusion. Puis, à l'aide d'un élément chauffant mobile, on contrôle la fusion et la solidification de l'alliage. La soudure avec le germe a lieu dans le four. Le réglage des puissances

La figure 4 montre le prototype de ces fours.

La méthode de préparation des cristaux consiste à fondre le barreau de métal polycristallin et une partie du germe monocristallin qui lui est accolée. Après soudure, il suffit de déplacer l'élément mobile en réglant les puissances dissipées pour que le front de solidification suive le déplacement de l'élément mobile.

Un grand nombre de paramètres interviennent. En plus des puissances dissipées sur le four et sur l'élément mobile, les deux facteurs les plus importants sont la vitesse de solidification et l'atmosphère régnant dans le four.

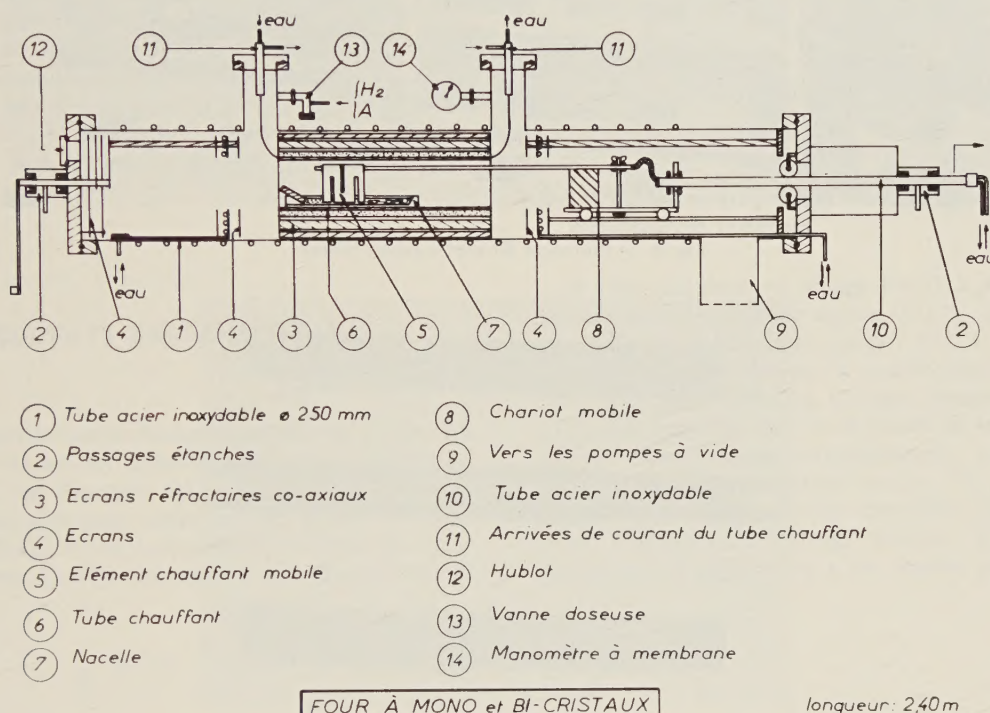


Fig. 3. — Schéma du four à monocristaux.

électriques doit être tel que la position du front de solidification soit solidaire de celle de l'élément mobile qui doit créer à ce niveau un gradient thermique aussi élevé que possible.

Le four a une puissance de 10 kW. Il est constitué d'un double enroulement de fil de molybdène disposé à l'intérieur d'un tube en alumine. Plusieurs écrans concentriques limitent les pertes d'énergie. L'ensemble est placé dans une enceinte en acier inoxydable (fig. 3). L'opération peut se faire sous vide ou sous atmosphère d'argon + hydrogène. L'élément chauffant mobile dissipe une puissance de 1 kW environ. Il se déplace le long de l'échantillon par l'intermédiaire d'un tube qui coulisse dans un passage étanche.

Dans le cas des alliages Fe-Al, nous avons observé des résultats très différents suivant les valeurs de la vitesse de solidification (fig. 5). Avec une vitesse de 30 mm/h, l'échantillon est formé de plusieurs cristaux dans une même section. Ces cristaux sont allongés parallèlement à la direction de solidification. Avec une vitesse de 10 mm/h, une structure « en bambou » est obtenue. Avec une vitesse de 7 mm/h et des conditions thermiques bien réglées, on obtient assez facilement des cristaux de plus de 10 cm de longueur. Depuis quelques mois, la fabrication des bicristaux orientés d'alliages Fe-Al donne des résultats intéressants (fig. 6).

En ce qui concerne l'atmosphère régnant dans le four, l'introduction d'un mélange argon + hydrogène a été

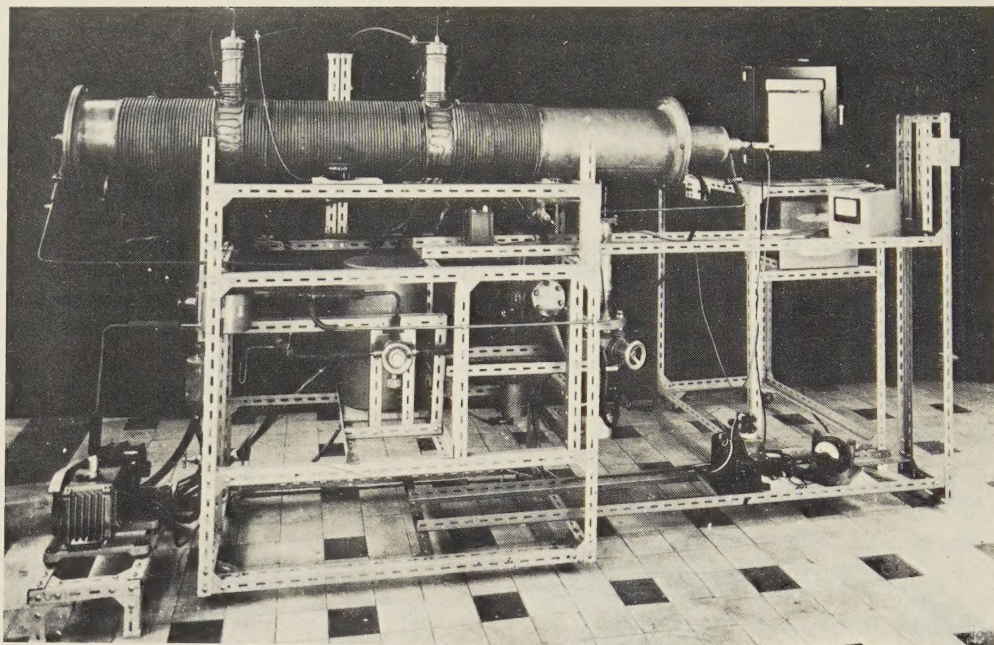


Fig. 4. — Prototype du four à monocristaux.

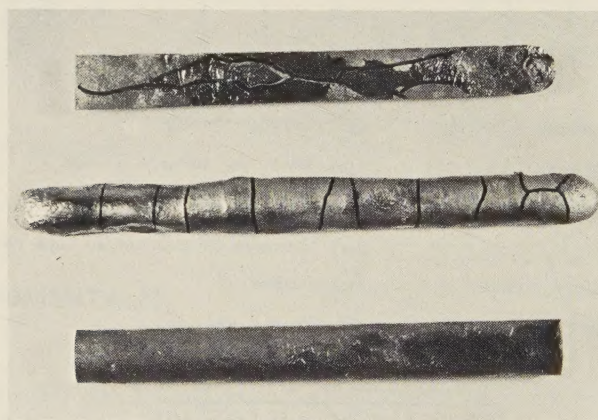


Fig. 5. — Cristaux obtenus avec des vitesses de solidification de 30, 10 et 7 mm/h (de haut en bas).

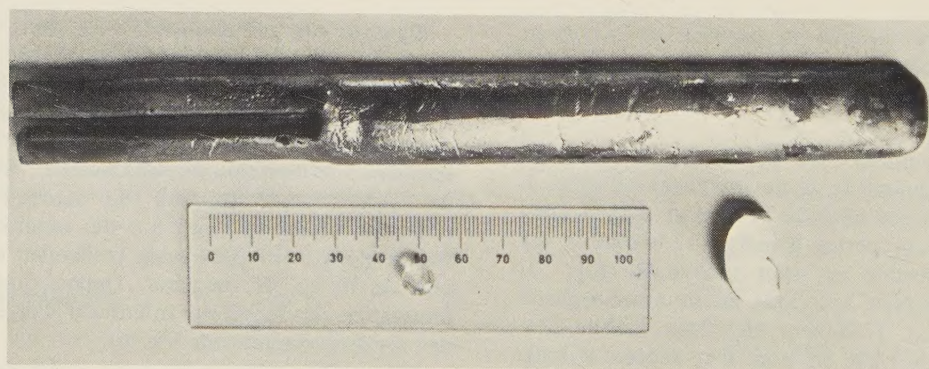


Fig. 6. — Bicristal d'alliage Fe-Al.

nécessaire pour réduire les pertes en aluminium par évaporation.

Dans une publication prochaine, une étude détaillée de la fabrication des cristaux sera présentée. Elle rassemblera les résultats obtenus par les divers chercheurs de notre laboratoire qui se sont intéressés à cette question sur plusieurs métaux ou alliages. Elle décrira en détail les améliorations technologiques qui ont été apportées à notre prototype.

Usinage des éprouvettes.

On rencontre de grandes difficultés lorsqu'on veut usiner les alliages Fe-Al par les techniques classiques. Les éprouvettes ont été usinées électrolytiquement grâce à la scie électrolytique. Ce dispositif est utilisé depuis longtemps au laboratoire pour le découpage des cristaux d'aluminium (7). Nous l'avons perfectionné dans le but de découper des cristaux d'alliage Fe-Al d'épaisseur plus grande.

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

La dilatométrie après trempe a permis de mettre en évidence des variations dimensionnelles dont l'évolution a été suivie en fonction des traitements thermiques. L'étude du durcissement après trempe a déjà été faite (8) sur un alliage Fe-Al polycristallin à 40 at. % d'aluminium. Nous l'avons étendue à un grand nombre

d'alliages de teneur en aluminium variable et nous avons comparé les comportements d'alliages monocristallins et polycristallins.

La plus grande partie de cette étude a été faite sur des monocristaux. Sauf cas particulier, toutes les trempes sont faites à l'huile à cause des ruptures intergranulaires ou par clivage sur les plans { 001 } observées après des trempes trop brutales.

Evolution des dimensions au cours des traitements thermiques.

Nous avons observé que la trempe introduit une dilatation importante dans ces alliages. Pour en préciser l'origine, des essais de dilatométrie après trempe soit en chauffage continu, soit par maintien isotherme ont été entrepris.

Essai dilatométrique en chauffage continu d'un échantillon trempé.

Si l'on considère un alliage Fe-Al à 40 at. % d'aluminium trempé à l'huile depuis 950 °C et chauffé dans un dilatomètre différentiel jusqu'à 850 °C, on remarque certaines particularités sur la courbe enregistrée (fig. 7). Au chauffage, à 100 °C/h, un léger changement de pente se produit vers 200-250 °C. Si l'essai est arrêté à 300 °C, l'alliage a subi, après refroidissement, une contraction inférieure à 10^{-4} en valeur relative. Ce phénomène ne se produit pas au cours d'un deuxième chauffage. Il est donc spécifique de l'alliage trempé. Toutefois, étant donné que ce phénomène a été observé avec à peu près

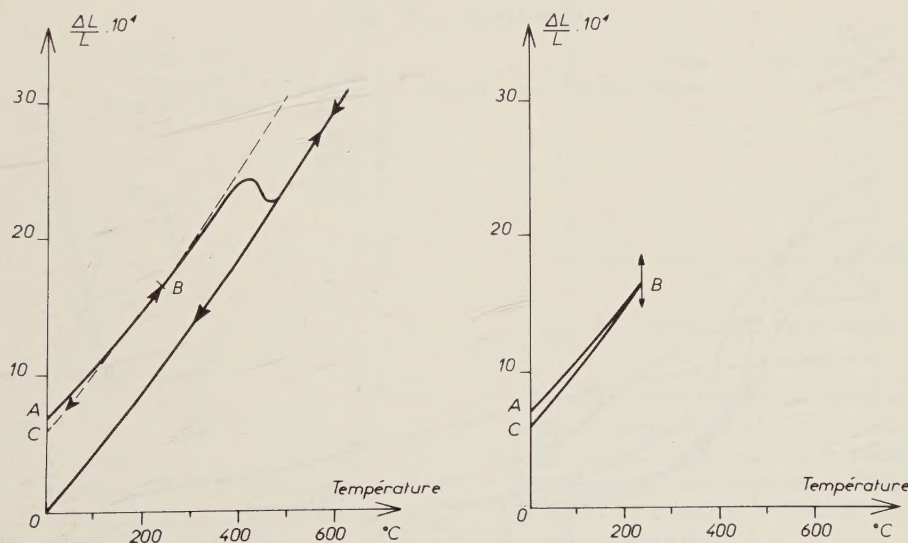


Fig. 7. — Courbe dilatométrique obtenue par chauffage et refroidissement continu d'une éprouvette trempée d'alliage Fe-Al à 40 at. % Al. Détail de la contraction à basse température.

la même amplitude pour tous les alliages contenant entre 31 et 45 at. % d'aluminium et trempés depuis des températures variant entre 600 et 1 000 °C, nous avons considéré qu'il s'agissait d'un phénomène secondaire et nous ne l'avons pas étudié en détail.

Par contre, lorsque la température atteint 350 °C, une contraction beaucoup plus importante commence à se manifester. Son évolution se termine vers 500 °C. La courbe ne présente ensuite aucune particularité.

Au refroidissement, la longueur de l'échantillon décroît régulièrement. En fin d'opération, on observe une contraction relative de 6 à 7 · 10⁻⁴. Un deuxième cycle thermique conduit à une courbe identique à celle obtenue au cours du refroidissement précédent.

La contraction est donc spécifique de l'alliage trempé.

Pour préciser l'origine de ce phénomène et rechercher si des lacunes retenues par trempe existent dans l'alliage, des mesures de paramètre cristallin ont été faites.

Variation du paramètre cristallin en fonction du traitement thermique.

Nous avons utilisé la méthode des poudres sur échantillons polycristallins et la méthode du cristal tournant sur des aiguilles orientées usinées électrolytiquement dans des cristaux ayant subi les traitements thermiques. Nous avons observé une certaine dispersion dans les résultats. Les variations du paramètre calculé à partir d'une raie (310) sont bien plus faibles que les variations dimensionnelles. Il n'est pas possible de déterminer une différence mesurable entre les paramètres d'échantillons re-

cuits ou trempés. Cette observation avait déjà été faite (4). On a pu toutefois remarquer que le paramètre de l'échantillon trempé est toujours un peu plus faible que celui de l'échantillon recuit. Cette observation qualitative est en accord avec l'hypothèse de l'existence de lacunes : celles-ci provoquent généralement une diminution du paramètre par relaxation des atomes autour d'elles.

Le problème est tout à fait différent pour les alliages Fe₃Al, par exemple. On observe dans ce cas une contraction importante lors d'un essai dilatométrique après trempe, mais le paramètre subit des variations du même ordre de grandeur. Le paramètre de l'échantillon trempé désordonné est plus grand que celui de l'échantillon recuit ordonné et les phénomènes observés sont liés dans ce cas aux variations du degré d'ordre, l'alliage Fe₃Al pouvant être trempé à l'état désordonné.

Par la suite, nous négligerons la variation relative du paramètre $\Delta a/a$ devant la variation des dimensions $\Delta L/L$ pour les alliages Fe-Al de structure L2o.

Calcul de la concentration en lacunes.

Les mesures de $\Delta L/L$ et de $\Delta a/a$ permettent de calculer la concentration en lacunes par la relation

$$n = 3 \left(\frac{\Delta L}{L} - \frac{\Delta a}{a} \right)$$

qui devient dans le cas des alliages Fe-Al de structure L2o :

$$n \approx 3 \frac{\Delta L}{L}$$

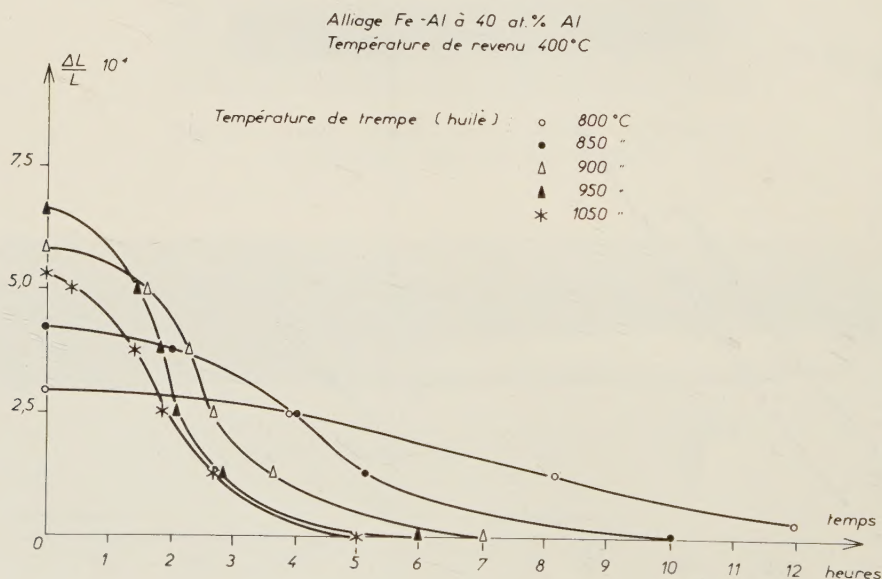


Fig. 8. — Courbes dilatométriques relatives à des essais isothermes à 400 °C après trempes depuis différentes températures.

Dans l'exemple choisi précédemment, la concentration en lacunes atteint 0,2 %. Cette concentration est très élevée si on la compare à celle qu'il est possible de retenir par trempe dans les métaux ou alliages cubiques centrés non ordonnés. Par exemple, on cite des teneurs en lacunes de l'ordre de 10^{-5} dans le molybdène trempé depuis 2 600 °C (9). Des essais de dilatométrie sur un alliage Fe-Si à 3 % de silicium non ordonné, ne montrent pas de variations dimensionnelles mesurables. Toutefois, certains auteurs ont observé des concentrations en lacunes du même ordre de grandeur que pour les alliages Fe-Al, dans des alliages Ni-Al (10). Il s'agit vraisemblablement du même phénomène, les alliages Ni-Al en question ayant une température critique très proche de leur température de fusion. Lorsqu'on les trempe, ils sont ordonnés comme l'alliage Fe-Al lorsqu'on le trempe depuis 900 °C.

On peut justifier cette concentration élevée en lacunes en analysant les valeurs relatives de l'énergie de formation et de l'énergie de déplacement de ces défauts.

Calcul de l'énergie de formation des lacunes.

Les essais de dilatométrie par maintien isotherme à 400 °C nous ont permis de voir l'influence de la température de trempe sur l'amplitude de la contraction, c'est-à-dire, à un coefficient de proportionnalité près, sur la concentration en lacunes.

L'essai consiste à porter rapidement l'éprouvette dans un four à 400 °C et à enregistrer ses variations de longueur en fonction du temps. Les phénomènes qui se

produisent au cours du chauffage sont négligés. En particulier, la première contraction a lieu pendant la montée en température. On n'enregistre donc que la contraction principale (fig. 8). La température de trempe intervient aussi bien sur l'amplitude de la contraction que sur la cinétique de celle-ci.

Si l'on reporte ces résultats sur un autre diagramme (fig. 9), on observe que la contraction croît lorsque la température de trempe varie de 600 à 950 °C, passe par un maximum vers 950 °C et décroît ensuite légèrement. Le temps nécessaire pour atteindre l'état d'équilibre à 400 °C est minimal pour la température de trempe de 950 °C.

Sur un diagramme donnant le logarithme népérien de la concentration en lacunes en fonction de l'inverse de la température absolue de trempe, on voit que les points sont alignés pour les températures de trempe inférieures à 950 °C (fig. 10). Pour des températures de trempe plus élevées, le degré d'ordre pendant le maintien a pu varier (fig. 11). Au cours de la trempe, la remise en ordre peut absorber des lacunes. De plus, pour les températures de trempe élevées des lacunes peuvent disparaître, par effet de revenu, au cours même de la trempe.

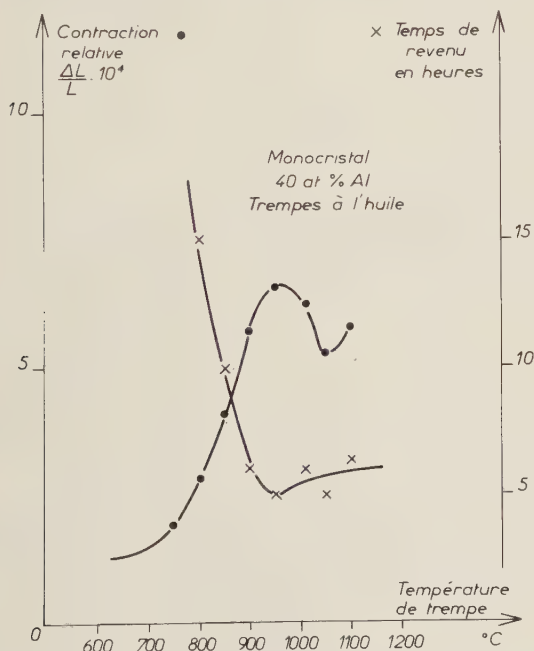


Fig. 9. — Effet de la température de trempe sur l'amplitude et la durée de la contraction au cours d'un revenu.

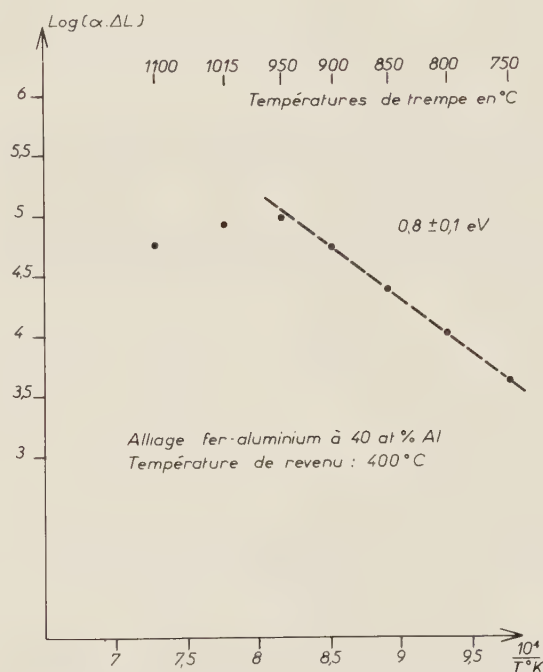


Fig. 10. — Calcul d'une énergie de formation des lacunes.

Ce diagramme permet de calculer une énergie apparente de formation. On trouve $E_f = 0,8$ eV. Il s'agit d'une énergie apparente car le calcul de l'énergie réelle supposerait la connaissance de la variation en plus ou en moins du nombre de lacunes qui se produit pendant le refroidissement.

Si l'on analyse l'effet de la teneur en aluminium sur ces propriétés, on observe que la concentration en lacu-

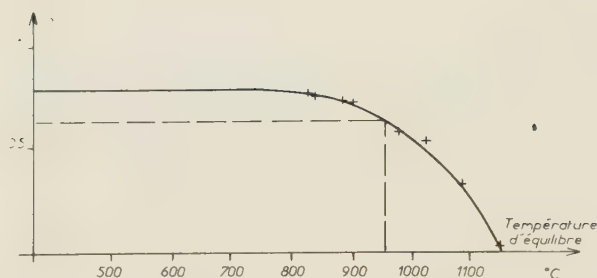


Fig. 11. — Evolution du degré d'ordre en fonction de la température pour un alliage Fe-Al à 40 at. % Al.

nes est d'autant plus élevée que la teneur en aluminium est plus importante entre 31 et 45 at. % (fig. 12). Dans tous les cas, elle est maximale pour la température de trempe de 950 °C. En ce qui concerne l'énergie de formation, elle varie de 0,7 à 0,9 eV environ lorsque la teneur en aluminium passe de 35 à 45 at. %. Ceci est en accord avec l'hypothèse d'une augmentation de l'énergie de formation avec le degré d'ordre. En effet, bien qu'après trempe le degré d'ordre soit toujours maximal, ce degré d'ordre dépend de la teneur en aluminium par la relation

$$S_{\max} = 2x_{\text{Al}},$$

où x_{Al} est la fraction atomique en aluminium.

Calcul de l'énergie de migration des lacunes.

Nous avons étudié la vitesse de migration des lacunes en suivant, pour une température donnée, l'évolution des dimensions d'une éprouvette dilatométrique au cours

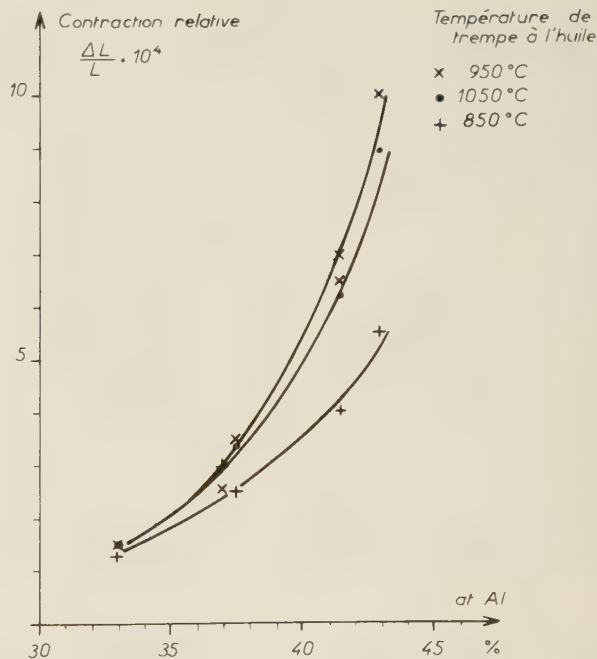


Fig. 12. — Effet de la teneur en aluminium de l'alliage Fe-Al et de la température de trempe sur la contraction au cours d'un recuit après trempe.

de revenus à des températures comprises entre 350 et 450 °C (fig. 13). Pour une température de trempe, 875 °C, l'amplitude de la contraction ne dépend pratiquement pas de la température de revenu dans le domaine considéré. La forme des courbes, avec un point d'inflexion, traduit l'existence d'un mécanisme de migration qui n'est probablement pas le plus simple. Etant donné la quantité élevée de lacunes et la structure

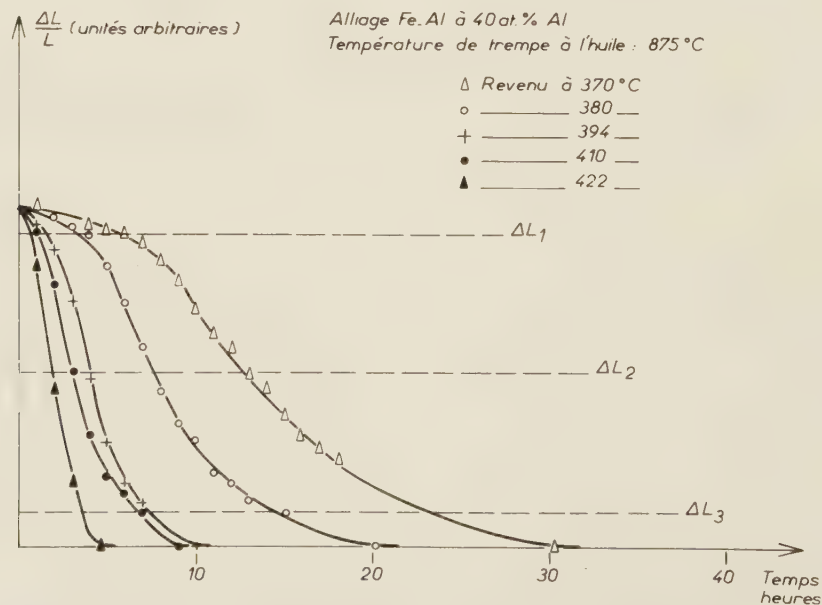


Fig. 13. — Courbes dilatométriques obtenues par essais isothermes à différentes températures après trempe depuis 875 °C.

ordonnée de l'alliage, il est possible que les lacunes se regroupent en bilacunes, par exemple. Il ne semble pas qu'elles forment des amas plus importants car les courbes présenteraient, en plus, une particularité correspondant à l'élimination de ces amas.

Il est possible, par la méthode des intersections, de calculer l'énergie de migration E_m des lacunes. Le graphique de la figure 14 conduit à une valeur de 1,5 eV pour un alliage trempé depuis 875 °C.

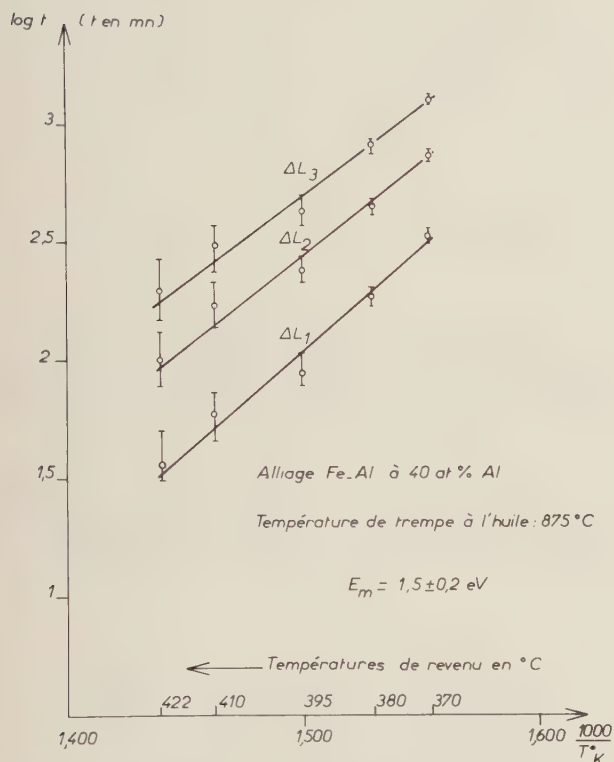


Fig. 14. — Calcul de l'énergie de migration des lacunes à partir des courbes de la figure 13.

Pour une température de trempé de 950 °C, on trouve $E_m = 1,3$ eV. Lorsqu'on fait varier la teneur en aluminium de l'alliage, il semble que l'énergie de migration soit plus sensible à ce facteur que l'énergie de formation. Dans le cas d'un alliage à 43 at. % d'aluminium, nous avons trouvé 2 eV.

Ces résultats sont en accord avec l'hypothèse selon laquelle les variations dimensionnelles seraient dues à des lacunes retenues par trempé en forte proportion. La valeur élevée du rapport E_m/E_f justifie cette hypothèse. En effet, elle est de l'ordre de 2 pour les alliages étudiés alors qu'elle ne dépasse pas 0,5 pour le tungstène ou le molybdène. Une valeur voisine de 1,5 a été trouvée pour des alliages Ni-Al (10) qui présentent des analogies avec les alliages Fe-Al de structure L20.

Des essais complémentaires comportant des mesures de résistivité et de module de Young ont été entrepris ; bien qu'ils n'aient pas encore fait l'objet de mesures

systématiques, les premiers résultats sont en accord avec l'hypothèse d'une forte quantité de lacunes.

Etude du durcissement par trempé des alliages Fe-Al de type L20.

Mesures de dureté après trempé.

Parallèlement aux essais dilatométriques, nous avons étudié en détail le durcissement par trempé des alliages Fe-Al. Lorsqu'on trempé un alliage à 40 at. % d'aluminium, par exemple, on observe après trempé depuis des températures supérieures à 600 °C, une augmentation considérable de la dureté. La courbe présente un maximum dans la zone de 950 °C (fig. 15). Certains auteurs ont mis en évidence l'existence d'un deuxième maximum correspondant à une température de trempé voisine de la température critique (8).

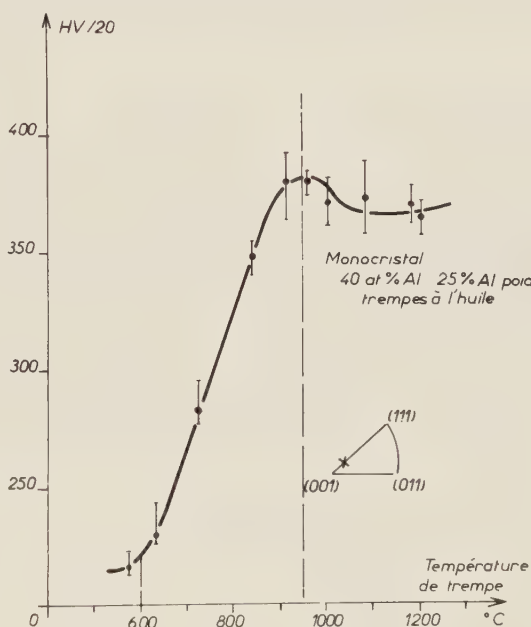


Fig. 15. — Dureté après trempé en fonction de la température de trempé.

Nous nous sommes surtout intéressés aux températures de trempé pour lesquelles le degré d'ordre n'a pas varié de manière sensible au cours du maintien avant trempé. Les variations du degré d'ordre sont négligeables et pourtant on observe un durcissement important. La dureté passe de 230 à 380 HV/20 lorsque la température de trempé passe de 600 à 950 °C. La courbe de la figure 15 est semblable à celle de la figure 9 qui traduit l'évolution de la concentration en lacunes en fonction de la température de trempé.

La dureté originale peut être restaurée par un maintien à 400 °C. Les courbes de revenu (fig. 16) sont parallèles aux courbes dilatométriques de la figure 8.

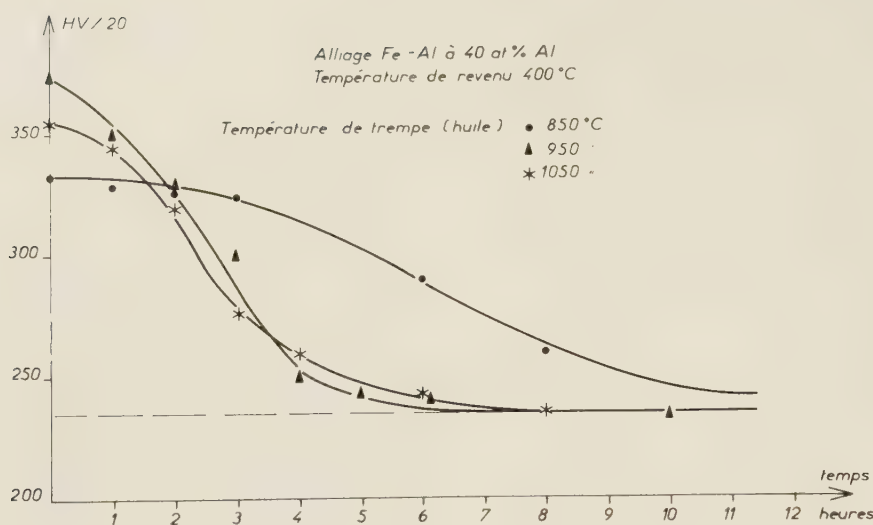


Fig. 16. — Evolution de la dureté au cours d'un revenu à 400 °C après trempes depuis différentes températures.

Influence de la teneur en aluminium.

Des mesures de dureté ont été faites sur des échantillons de teneur en aluminium comprise entre 31 et 45 at. % trempés depuis différentes températures (fig. 17). Les essais ont été faits sur échantillons monocristallins ou polycristallins.

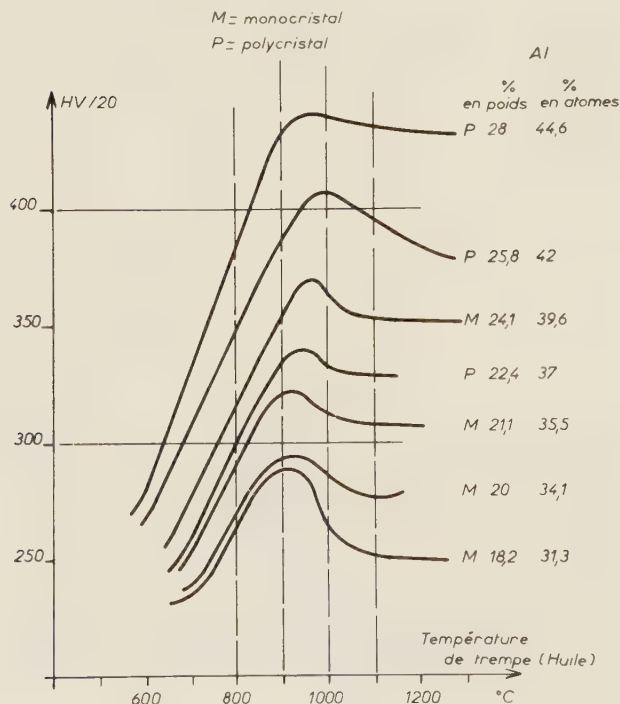


Fig. 17. — Dureté après trempe d'alliages Fe-Al monocristallins ou polycristallins à différentes teneurs en aluminium en fonction de la température de trempe.

On remarque une nette similitude des courbes. Elles présentent toutes un maximum, d'autant plus élevée que la teneur en aluminium est plus forte, pour une température de trempe voisine de 950 °C.

L'explication de ce maximum est complexe car si l'on cherche à faire intervenir une variation du degré d'ordre à la température de maintien, on constate que 950 °C n'est pas une température particulière pour tous

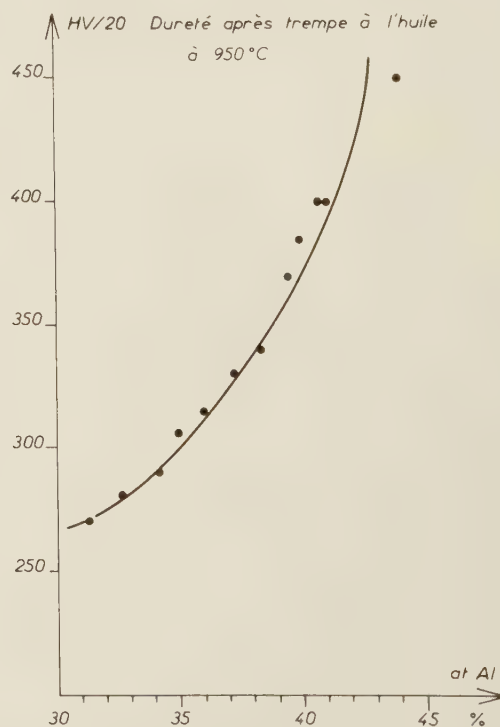


Fig. 18. — Dureté après trempe depuis 950 °C en fonction de la teneur en aluminium.

les alliages dont les températures critiques varient de 900 à 1 200 °C.

Ces résultats peuvent être reportés sur un autre diagramme (fig. 18) qui rappelle celui de la figure 12.

Nous remarquons également que les courbes correspondant à des échantillons polycristallins s'insèrent régulièrement entre celles correspondant à des monocristaux. Il ne semble donc pas que le joint de grains ait un rôle important dans le durcissement. Des études vont être entreprises, pour préciser cette observation, sur des bicristaux orientés.

Nous avons donc mis en évidence un parallélisme très net entre les variations dimensionnelles que nous avons attribuées à des lacunes en sursaturation et le durcissement observé aussi bien après trempe qu'au cours des traitements thermiques ultérieurs.

Etude de la structure et essai d'interprétation.

On peut penser, en considérant la quantité importante de lacunes que celles-ci formeraient des amas suggérant un mécanisme de durcissement semblable à celui qui est observé lors de la formation de zones de Guinier-Preston.

Microscopie électronique.

Des lames minces orientées ont été découpées électrolytiquement (11) dans des monocristaux ayant subi divers

traitements thermiques. Nous avons observé dans des plans $\{001\}$ des figures de dislocations en forme de carrés dont les côtés sont parallèles aux axes $\langle 001 \rangle$ (fig. 19). On peut penser que ces carrés sont des boucles de lacunes. Il est cependant possible de n'observer que deux côtés de ces carrés suivant les conditions de diffraction, ce qui tendrait à prouver que le vecteur de Burgers n'est pas constant tout le long de la dislocation.

De plus, il n'est pas possible de discerner une évolution du nombre et des dimensions de ces figures en fonction des traitements thermiques après trempe.

Diffusion centrale.

Pour avoir d'autres informations sur la nature de ces carrés, nous avons fait quelques observations par diffusion centrale, sur échantillons massifs monocristallins. Des traînées apparaissent autour des taches $\{001\}$ à 45° des directions $\langle 001 \rangle$. Il n'a pas été, toutefois, possible de détecter une différence entre les échantillons trempés et les échantillons recuits.

Essai d'interprétation.

Nous en concluons donc à l'existence d'une quantité importante de lacunes réparties de manière homogène dans tout le cristal. Il est cependant vraisemblable que ces lacunes ne sont pas réparties avec la même probabilité sur les deux types de sites du réseau. Parmi les modèles théoriques proposés pour étudier la répartition des lacunes dans un alliage ordonné, celui de Cheng (12) conduit à une répartition préférentielle des lacunes sur les sites « fer » (fig. 20).



Fig. 19. — Dislocations dans un alliage Fe-Al trempé à l'huile depuis 950 °C.

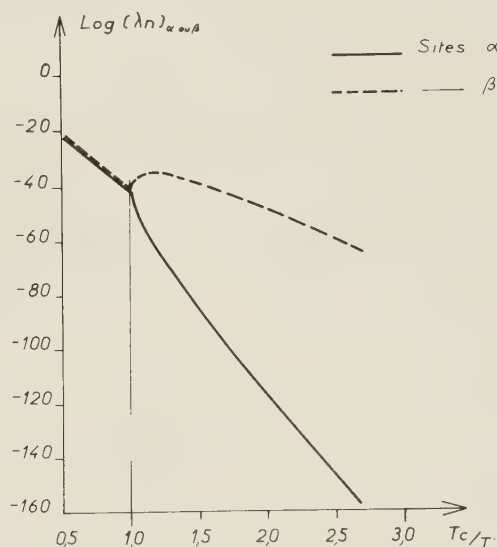


Fig. 20. — Répartition des lacunes sur les deux types de sites α et β d'un alliage ordonné de type L20.

Il n'est pas possible d'attribuer le durcissement à une éventuelle formation d'amas de lacunes ou de l'un des éléments fer ou aluminium. Ce mécanisme avait été suggéré par les figures observées en microscopie électronique. Il est à repousser à cause de la forme des courbes de dilatométrie et de l'absence d'évolution des phénomènes observés par microscopie électronique ou par diffusion centrale.

Nous avons également écarté les nombreux mécanismes fondés sur des variations du degré d'ordre qui sont habituellement proposés pour interpréter les propriétés des alliages ordonnés. En effet, les mesures ont été faites après des trempes depuis des températures où le degré d'ordre n'a pratiquement pas varié et, de plus, ces alliages ont la propriété de se réordonner très rapidement lorsqu'ils ont été désordonnés lors du maintien avant trempe.

Le durcissement est donc dû aux lacunes qui ont un effet semblable à celui d'un élément d'alliage dans une solution solide. De plus, la formation d'un cran sur la première dislocation partielle d'une dislocation de sur-structure peut avoir un effet d'autant plus important que l'alliage est plus fortement ordonné.

CONCLUSION

Nous avons mis en évidence sur des alliages ordonnés Fe-Al de type L20 un certain nombre de propriétés qui sont indépendantes des variations de leur degré d'ordre.

Une quantité de lacunes pouvant atteindre 0,2 % peut être retenue par trempe alors que cette quantité est de l'ordre de 10^{-5} pour les métaux ou alliages cubiques centrés non ordonnés. Ce fait peut être justifié par la valeur élevée du rapport de l'énergie de migration, de l'ordre de 1,5 eV, à l'énergie de formation, voisine de 0,8 eV, des lacunes.

Le durcissement observé après trempe suit la même loi que la concentration en lacunes en fonction de la température de trempe et la dureté évolue parallèlement à cette concentration au cours des traitements thermiques après trempe.

Aucune modification structurale n'ayant pu être mise en évidence parallèlement à ces propriétés, le durcisse-

ment est attribué aux lacunes réparties de manière homogène dans le cristal avec une distribution préférentielle probable sur les sites « fer » du réseau.

Remerciements

Nous remercions le Commissariat à l'Energie Atomique et en particulier MM. Cabane et Sainfort pour l'aide apportée dans la réalisation matérielle de cette étude et pour leurs nombreux conseils. Le CEA a permis à notre laboratoire de mettre en œuvre une technique de fabrication de monocristaux et de bicristaux appliquée maintenant à de nombreux métaux et alliages.

Nous remercions également M. Kerr, de l'Université de Toronto (Canada) qui a participé à nos travaux, principalement par des expériences complémentaires sur des alliages Fe-Co. Ces alliages font maintenant l'objet d'un travail de recherche auquel il a été apporté les premiers éléments.

Nous tenons enfin à remercier l'IRSID et plus particulièrement M. Manenc et son service qui ont bien voulu nous apporter leur aide pour la réalisation des diagrammes de radiocristallographie en diffusion centrale.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) N. S. STOLOFF et R. G. DAVIES. — The Mechanical Properties of Ordered Alloys, Pergamon Press, 1966.
- (2) J. RIEU. — *C. R. Acad. Sci. Paris*, **269 C** (1969), 89.
- (3) J. RIEU. — *C. R. Acad. Sci. Paris*, **269 C** (1969), 452.
- (4) A. TAYLOR et R. M. JONES. — *J. Phys. Chem. Solids*, **6** (1958), 16.
- (5) J. M. DURANSEAUD, F. GAYTE, G. ODIN et C. GOUX. — *C. R. Acad. Sci. Paris*, **268** (1969), 469.
- (6) B. CHALMERS. — *Canad. J. Phys.*, **31** (1953), 132.
- (7) C. GOUX. — *Rev. Met.*, **58** (1961), 661.
- (8) P. MOINE. — Thèse, Poitiers, 1968.
- (9) J. D. MEAKIN, A. LAWLEY et R. C. KOO. — *Lattice Defects in Quenched Metals*, Academic Press, 1965.
- (10) A. BALL et R. E. SMALLMAN. — *Acta Met.*, **16** (1968), 233.
- (11) J. LEVY. — Thèse, Paris, 1968.
- (12) C. Y. CHENG, P. P. WYNBLATT et J. E. DORN. — *Acta Met.*, **15** (1967), 1045.

